

M 6807 HST

XP-002244228

6001 Chemical Abstracts, Columbus, Ohio, US

Vol.: 88 (1970) 02-06 No.: 6

Page: 187

88: 40722k Etching of aluminum. Kidalyuk, V. N.; Zhora, V. D.; Masenko, V. K.; Kambur'yan, B. A. U.S.S.R. 566,866 (Cl. C09K13/00), 30 Jul 1977, Appl. 2,322,722, 13 Feb 1976. From *Otkrytiya, Izobret., Prom. Obraztsy, Tovarnye Znaki* 1977, 54(28), 77. Etching of Al in acid solns. is improved by adding  $\text{FeCl}_3$  and HCl. The mixt. consists of  $\text{H}_3\text{PO}_4$  2-6,  $\text{HNO}_3$  1-2, HOAc 4-12,  $\text{FeCl}_3$  soln. 1-3, and HCl 2-5 vol. parts. The soln. sp. grs. are 1.735, 1.42, 1.05, 1.19-1.21, and 1.17 g/cm<sup>3</sup>, resp.

Союз Советских  
Социалистических  
Республик



Государственный комитет  
Совета Министров СССР  
по делам изобретений  
и открытий

# О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

## К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 566866

(61) Дополнительное к авт. свид-ву —

(22) Заявлено 13.02.76 (21) 2322722/26

(51) М. Кл.<sup>2</sup> С 09К 13/00

с присоединением заявки № —

(23) Приоритет —

Опубликовано 30.07.77. Бюллетень № 28

(53) УДК 621.794.4  
(088.8)

Дата опубликования описания 25.08.77

(72) Авторы  
изобретения В. Н. Кидалюк, В. Д. Жора, В. К. Масенко и Б. А. Камбураян

(71) Заявитель —

ЗПТС



### (54) РАСТВОР ДЛЯ ТРАВЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ

1

Изобретение относится к составам для травления, а именно к растворам для травления алюминия, используемым для изготовления деталей фотохимическим методом.

Известны растворы для травления пленок алюминия при изготовлении полупроводниковых приборов, содержащие в своем составе ортофосфорную, азотную и уксусную кислоты [1].

При применении указанных растворов на основе ортофосфорной кислоты для травления слоев алюминия толщиной 10 мкм и выше обнаружены следующие недостатки: процесс травления характеризуется бурным газовыделением; из-за высокой вязкости раствора пузырьки водорода, выделяющиеся при травлении, прилипают к дорожкам травления и препятствуют полному удалению алюминия, что приводит к неровности края, подтравливанию и к появлению значительного количества не-протравленных островков. Кроме того, необходим подогрев раствора с целью увеличения скорости травления. Вследствие трудности поддержания постоянной температуры в объеме травителя происходит ухудшение равномерности травления, что осложняет определение момента окончания процесса.

Целью изобретения является повышение качества травления алюминия.

2

Для этого в раствор, содержащий ортофосфорную, азотную и уксусную кислоты, дополнительно вводят хлорное железо и соляную кислоту при следующем соотношении компонентов, об. ч.:

|    |   |      |
|----|---|------|
| 5  | Ортофосфорная кислота<br>(уд. вес. 1,735 г/см <sup>3</sup> )            | 2—6  |
| 10 | Азотная кислота<br>(уд. вес. 1,42 г/см <sup>3</sup> )                   | 1—2  |
| 15 | Уксусная кислота<br>(уд. вес. 1,05 г/см <sup>3</sup> )                  | 4—12 |
| 20 | Хлорное железо (уд. вес. водного раствора 1,19—1,21 г/см <sup>3</sup> ) | 1—3  |
| 25 | Соляная кислота<br>(уд. вес. 1,17 г/см <sup>3</sup> )                   | 2—5  |

Введение добавок хлорного железа и соляной кислоты, активно травящих алюминий, особенно в присутствии сильного окислителя — азотной кислоты, при указанном соотношении компонентов настолько повышает скорость травления алюминия, что исключается необходимость в подогреве раствора. Указанный эффект наблюдается только при совместном действии хлорного железа и соляной кислоты, так как при введении в раствор лишь одного из указанных компонентов не наблюдается достаточного увеличения скорости, ухудшаются край и равномерность травления и снижается

ется стойкость маскирующих покрытий при селективном травлении. Кроме того, в результате введения указанных добавок значительно снижается вязкость травящего раствора, вследствие чего улучшаются условия для эвакуации пузырьков водорода из дорожек травления, облегчается доступ травителя к металлу, что в конечном итоге приводит к улучшению равномерности травления, уменьшению неровностей края и количества непротравленных участков. Присутствие ортофосфорной кислоты в растворе улучшает смачиваемость поверхности алюминия, но увеличивает вязкость травителя, чем затрудняется процесс отрыва пузырьков газа от поверхности металла. Уксусная кислота позволяет снизить вязкость раствора, является выравнивающей добавкой, обеспечивая равномерность травления металла по поверхности. Оптимальное соотношение компонентов предложенного раствора установлены экспериментальным путем.

Пример. Травитель для алюминия следующего состава, об. ч.: ортофосфорная кислота (уд. вес. 1,735 г/см<sup>3</sup>) 4; азотная кислота (уд. вес. 1,42 г/см<sup>3</sup>) 1,5; уксусная кислота (уд. вес. 1,05 г/см<sup>3</sup>) 8; хлорное железо (уд. вес. водного раствора 1,19—1,21 г/см<sup>3</sup>) 2 и соляная кислота (уд. вес. 1,17 г/см<sup>3</sup>) 3,5, готовят путем последовательного смешивания предварительно приготовленного водного раствора хлорного железа с остальными компонентами.

Образцы для травления готовят следующим образом.

На заготовках диэлектрика лакофольгового типа ФДИ с толщиной алюминия 30 мкм методом фотопечати с использованием фоторезистов ФН-11 или ФП-383 формируют маскирующий слой для селективного травления с целью получения лепестковых выводов. Заготовки с фоторезистивным слоем термически задубливают, после чего подвергают травлению в растворе приведенного состава. Температура травления 18—25°C. Положение заготовок в объеме травителя горизонтальное или

вертикальное. Заготовки выдерживают в растворе до полного вытравления алюминия из дорожек травления. Время травления 9—12 мин.

5 При травлении алюминия в предложенном растворе повышается качество травления. Кроме того, в растворе для травления алюминия при комнатной температуре вследствие лучшей равномерности травления облегчается определение момента окончания процесса, исключается расход электроэнергии на подогрев раствора, упрощается оборудование для осуществления процесса травления алюминия, улучшаются условия труда.

10 15 20 25 30 35 40 45

Предложенный раствор для травления алюминия может найти широкое применение в микроэлектронике, радиопромышленности и других родственных отраслях народного хозяйства для изготовления деталей из алюминия и его сплавов методом фотохимического травления.

#### Формула изобретения

Раствор для травления алюминия, содержащий ортофосфорную, азотную и уксусную кислоты, отличающийся тем, что, с целью повышения качества травления, он дополнительно содержит хлорное железо и соляную кислоту при следующем соотношении компонентов, об. ч.:

|   |      |
|---|------|
| Ортофосфорная кислота<br>(уд. вес. 1,735 г/см <sup>3</sup> )            | 2—6  |
| Азотная кислота<br>(уд. вес. 1,42 г/см <sup>3</sup> )                   | 1—2  |
| Уксусная кислота<br>(уд. вес. 1,05 г/см <sup>3</sup> )                  | 4—12 |
| Хлорное железо (уд. вес. водного раствора 1,19—1,21 г/см <sup>3</sup> ) | 1—3  |
| Соляная кислота<br>(уд. вес. 1,17 г/см <sup>3</sup> )                   | 2—5  |

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

1. Патент США № 3715250, кл. 156—22,

45 1973.

Составитель В. Масенко

Редактор Т. Пилипенко

Техред М. Семенов

Корректор Л. Брахнина

Заказ 1881/23

Изд. № 645

Тираж 850

Подписано

ЦНИИПИ Государственного комитета Совета Министров СССР  
по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5



СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1079698 A

3(50) C 23 F 1/00; C 09 K 13/04

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР  
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

## ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3 53 5904/22-02  
(22) 06.01.83  
(46) 15.03.84. Бюл. № 10  
(72) Л.А. Никитина, М.Е. Шаинский,  
Н.В. Фальченко и В.А. Власов  
(71) Ворошиловградский машинострои-  
тельный институт  
(53) 621.9.048.6.621.9.047.4  
(088.8)  
(56) 1. Объемная вибрационная обработ-  
ка. ЭНИМС, 1970, с. 53.  
2. Бабичев А.П. Вибрационная обработ-  
ка деталей. М., "Машиностроение",  
1977, с. 51.  
3. Авторское свидетельство СССР  
№ 566866, кл. С 09 К 13/00, 1976.

(54)(57) РАСТВОР ДЛЯ ХИМИЧЕСКОЙ  
ОБРАБОТКИ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ,  
преимущественно для вибрабрэзивного  
шлифования, содержащий ортофосфорную  
кислоту, азотную кислоту, хлорное же-  
лое и воду, о г л и ч а ю щ и й с я  
тем, что, с целью повышения произво-  
дительности процесса, он дополнительно  
содержит бифторид калия и перборат  
натрия при следующем соотношении ком-  
понентов, мас. %:

|   |           |
|---|-----------|
| Ортофосфорная кислота<br>(уд. вес 1,7 г/см <sup>3</sup> ) | 1,4-1,6   |
| Азотная кислота<br>(уд.вес 1,4 г/см <sup>3</sup> )        | 0,9-1,1   |
| Хлорное железо  | 0,9-1,1   |
| Бифторид калия  | 0,3-0,5   |
| Перборат натрия   | 0,5-0,7   |
| Вода  | Остальное |

69 SU (11) 1079698 A

Изобретение относится к химико-механической обработке металлов и сплавов, в частности к растворам для вибрационного шлифования алюминия и его сплавов.

Известны различные составы водных растворов, используемые при вибрационной обработке алюминиевых сплавов, например водный раствор, содержащий хромник в количестве 3 г/л и поверхностно-активное вещество ОП-7 или ОП-10 в количестве 5-7 г/л [1].

Известны также содовый и мыльно-содовый растворы с добавкой 1% олеиновой кислоты [2].

Однако эти растворы позволяют лишь в незначительной степени повысить производительность процесса, так как процесс шлифования 12-18 ч при 11-кратной замене шлифовальных тел с постепенным уменьшением зернистости, в связи с чем указанные растворы являются малоэффективными и не удовлетворяют требованиям современного производства.

Наиболее близким к предлагаемому по технической сущности является раствор, применяемый для травления алюминия

[3], содержащий, вес.%; ортофосфорная кислота (уд. вес 1,735) 2-6; азотная кислота (уд.вес 1,42) 1-2; хлорное железо (уд. вес водного раствора 1,19-1,21) 1-3; уксусная кислота (уд. вес 1,05) 4-12; соляная кислота (уд. вес 1,17) 2-5 и вода.

Недостатком этого раствора является его сравнительно малая эффективность обработки деталей из алюминиевых сплавов при вибрационном шлифовании, в результате чего процесс обработки длится 3-4 ч.

Цель изобретения - повышение производительности процесса.

Поставленная цель достигается тем, что раствор для химической обработки алюминиевых сплавов, преимущественно для вибрационного шлифования, содержит ортофосфорную кислоту, азотную кислоту, хлорное железо и воду, дополнительно содержит бифторид калия и перборат натрия при следующем соотношении компонентов, мас.%:

|   |           |
|---|-----------|
| Ортофосфорная кислота<br>(уд. вес 1,7 г/см <sup>3</sup> ) | 1,4-1,6   |
| Азотная кислота<br>(уд. вес 1,4 г/см <sup>3</sup> )       | 0,9-1,1   |
| Хлорное железо  | 0,9-1,1   |
| Бифторид калия  | 0,3-0,5   |
| Перборат натрия   | 0,5-0,7   |
| Вода  | Остальное |

Ортофосфорная и азотная кислоты выполняют роль окислительно-активирующей смеси, обеспечивающей непрерывное растворение микровыступов, что приводит к сглаживанию микрорельефа, хлорное железо и бифторид калия выполняют роль активаторов процесса, так как галоиды, а особенно ионы F<sup>-</sup> и Cl<sup>-</sup> интенсивно разрушают устойчивую против действия агрессивной среды окисную пленку, постоянно образующуюся на поверхности алюминия и алюминиевых сплавов. Перборат натрия препятствует осаждению продуктов реакции на обрабатываемой поверхности, что также способствует активизации процесса обработки.

Введение добавок бифторида калия и пербората натрия в предлагаемый раствор способствует повышению активизации шлифующего раствора в 3-5 раз в зависимости от исходного состояния поверхности обрабатываемых деталей.

П р и м е р . Для испытания раствора готовят три смеси с различным содержанием компонентов, для каждой из которых в качестве твердого наполнителя используется бой шарошлифовальных кругов марки АН2 ВТЧТ, зернистости 6-7, грануляции 25-30 мм.

Раствор готовят путем перемешивания в воде указанных компонентов, смесь не подогревается.

Испытание раствора производится в лабораторных условиях в вибрационной установке ВМИ 1004Б с U-образным резервуаром емкостью 120 л. В резервуар засыпают 60 кг абразива, заливают раствор в количестве 10 л и помещают детали оптической аппаратуры из алюминиевого сплава Д1 6Т в количестве 20 кг. Исходная шероховатость поверхности деталей соответствует 6-7 классу чистоты. Виброшлифование производится на режимах, соответствующих частоте 2050 колебаний в минуту, амплитуде 1,5-2,0 мм, в результате чего вся масса, находящаяся в резервуаре, равномерно перемешивается. Машинное время обработки составляет 45 мин.

Эффективность воздействия раствора на процесс виброшлифования алюминиевых сплавов оценивают по величине съема металла (Q, мг/см<sup>2</sup>.ч) и шероховатости поверхности (R<sub>a</sub>, мкм).

Результаты испытаний, которые оцениваются как среднее арифметическое между пятью образцами, приведены в табл. 1.

| рас-<br>твор  | Состав раствора,<br>вес. % | Q , мг/см <sup>2</sup> .ч | Ra, мкм      |      |      |                 |      |      | Примечание |  |
|---|----------------------------|---------------------------|--------------|------|------|-----------------|------|------|------------|--|
|   |                            |                           | До обработки |      |      | После обработки |      |      |            |  |
|   |                            |                           | Д16Г         | АК 8 | В 95 | Д16Г            | АК 8 | В 95 |            |  |
| Следы механических повреждений поверхности удалены, коррозионных повреждений нет, шпат поверхности сверху-снизу |                            |                           |              |      |      |                 |      |      |            |  |
| 1   | Оргофосфорная кислота      | 1,4                       |              |      |      |                 |      |      |            |  |
|   | Азотная кислота            | 0,9                       |              |      |      |                 |      |      |            |  |
|   | Хлорное железо             | 0,9                       |              |      |      |                 |      |      |            |  |
|   | Бифторид калия             | 0,3                       | 2,6          | 2,69 | 2,45 | 2,0             | 2,3  | 2,45 |            |  |
|   | Перборат натрия            | 0,5                       |              |      |      |                 |      |      |            |  |
|   | Вода                       | Осталь-<br>ное            |              |      |      |                 |      |      |            |  |
| 2   | Оргофосфорная кислота      | 1,5                       |              |      |      |                 |      |      |            |  |
|   | Азотная кислота            | 1,0                       |              |      |      |                 |      |      |            |  |
|   | Хлорное железо             | 1,0                       | 2,75         | 2,8  | 2,6  | 2,3             | 2,5  | 2,5  |            |  |
|   | Бифторид калия             | 0,4                       |              |      |      |                 |      |      |            |  |
|   | Перборат натрия            | 0,6                       |              |      |      |                 |      |      |            |  |
|   | Вода                       | Осталь-<br>ное            |              |      |      |                 |      |      |            |  |
| 3   | Оргофосфорная кислота      | 1,6                       |              |      |      |                 |      |      |            |  |
|   | Азотная кислота            | 1,1                       |              |      |      |                 |      |      |            |  |
|   | Хлорное железо             | 1,1                       | 2,55         | 2,7  | 2,5  | 2,1             | 2,2  | 2,3  |            |  |
|   | Бифторид калия             | 0,5                       |              |      |      |                 |      |      |            |  |
|   | Перборат натрия            | 0,7                       |              |      |      |                 |      |      |            |  |
|   | Вода                       | Осталь-<br>ное            |              |      |      |                 |      |      |            |  |

Продолжение таблицы

Хорошее качество поверхности получают также за минимальное время (45-50 мин) при вибробразивном шлифовании штампованных деталей из алюминиевых сплавов АК8, В95, D18 м.р.

Таким образом, требуемый 9-й класс чистоты обработанной поверхности в предлагаемом растворе можно получить в 3-5 раз быстрее, чем в известном растворе.

---

|   |                      |                     |                  |
|---|----------------------|---------------------|------------------|
| Составитель В.Олейниченко                         | Редактор Н.Кишулинец | Техред Ж.Кастелевич | Корректор А.Повх |
| Заказ 1264/27                                     | Тираж 900            | Подписьное          |                  |
| ВНИИПИ Государственного комитета СССР             |                      |                     |                  |
| по делам изобретений и открытий                   |                      |                     |                  |
| 113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5       |                      |                     |                  |
| Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4 |                      |                     |                  |

---